

ACID-RESISTANT HEAT-DISSIPATING GREASE

Patent number: JP61157587
Publication date: 1986-07-17
Inventor: TOYA MASANORI
Applicant: TOSHIBA SILICONE CO LTD
Classification:
- international: C10M169/02
- european:
Application number: JP19840275724 19841228
Priority number(s):

Report a data error here

Abstract of JP61157587

PURPOSE: A heat-dissipation silicone grease that is composed of a specific polyorganosiloxane and a metal oxide at a specific ratio, thus resisting acidic conditions such as die casting of anodized aluminum without deterioration.

CONSTITUTION: The objective grease is composed of (A) 10-50wt%, preferably 10-30wt% of a polyorganosiloxane of formula I [$R<1>$ is 4-16C alkyl; $R<2>$ is 2-phenylethyl, 2-phenylpropyl; $m+n$ is 10-1,000; $0.3 \leq n/(m+n) < 1.0$] such as a straight-chain polyorganosiloxane and (B) 90-50wt%, preferably 90-70wt% of a metal oxide, preferably zinc oxide or alumina.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Patent Abstracts of Japan

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 昭61-157587

⑤ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和61年(1986)7月17日

C 10 M 169/02
 // C 08 K 3/22
 C 08 L 83/04
 C 09 K 5/00
 (C 10 M 169/02
 107:50
 113:08)
 C 10 N 10:04
 20:00
 30:00
 30:08
 40:14
 50:10

CAM

2115-4H

7016-4J

6755-4H

8217-4H

7162-4H

7824-4H

A-7824-4H

Z-8217-4H

8217-4H

8217-4H

8217-4H

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 耐酸性放熱グリース

⑮ 特 願 昭59-275724

⑯ 出 願 昭59(1984)12月28日

⑰ 発 明 者 戸 矢 正 則 太田市西新町133番地 東芝シリコン株式会社内

⑱ 出 願 人 東芝シリコン株式 東京都港区六本木6丁目2番31号
社

⑲ 代 理 人 弁理士 津 国 肇 外1名

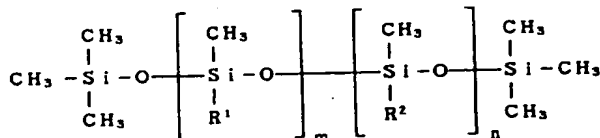
明 細 書

1. 発明の名称

耐酸性放熱グリース

2. 特許請求の範囲

1. (A) 一般式

(式中、R¹は炭素数4～16のアルキル基、R²は2-フェニルエチル基または2-フェニル

プロピル基、m+nは10～1,000の整数で、

 $0.3 \leq \frac{n}{m+n} < 1.0$ である)

で表わされるポリオルガノシロキサン10～50

重量%、及び

(B) 金属酸化物90～50重量%

から成ることを特徴とする耐酸性放熱グリース。

2. (B)の金属酸化物が酸化亜鉛またはアルミナである特許請求の範囲第1項記載の耐酸性放熱

グリース。

3. (A)及び(B)成分の配合比が(A)10～30重量%、(B)90～70重量%である特許請求の範囲第1項記載の耐酸性放熱グリース。

3. 発明の詳細な説明

[発明の技術分野]

本発明は熱伝導性の良好な放熱グリースに関するものであり、さらに詳しくはアルマイト処理したアルミダイキャストなどの酸性条件下においても劣化しない放熱シリコングリースに関するものである。

[発明の技術的背景とその問題点]

従来、放熱シリコングリースとしては、ポリジメチルシロキサンまたはポリメチルフェニルシロキサンなどのポリオルガノシロキサンに熱伝導性の良好な金属酸化物を添加配合したものが公知である。しかし、これらのグリースは油分離を起こしやすく、電子部品に使用した場合、分離した油により、ジャンクションコート材、バッファコート材、モールド材などの合成樹脂

特開昭61-157587 (2)

製材料、特にシリコン樹脂製材料を膨潤させ、亀裂を生じさせるという問題点があった。

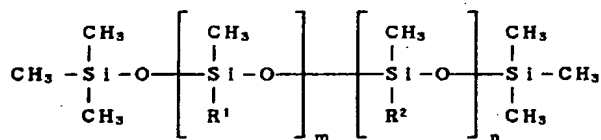
この問題点を解決するために、特開昭 50-105573号公報ではポリメチルアルキル (C₆~14) シロキサンを用いたシリコングリースが開示されている。また、特公昭52-33272号公報には、ケイ素原子に結合した1価炭化水素基のうち5~50モル%が2-フェニルエチル基、2-フェニルプロピル基または炭素数6~30のアルキル基から選択される基であって、残余がメチル基であるポリオルガノシロキサンを用いたシリコングリースが開示されている。しかしながら、これらのグリースでは、油分離による膨潤性は改良されているものの、耐熱性が悪く、高温で長時間使用するとゲル化してしまうという問題点を有していた。

また、最近、トランジスター、特にパワートランジスターのように発熱量の大きい器具と放熱器との間に放熱シリコングリースを使用すると、シリコングリースのベースオイルであるポリオ

至った。

すなわち、本発明の耐酸性放熱グリースは、

(A) 一般式



(式中、R¹ は炭素数4~18のアルキル基、

R² は2-フェニルエチル基または2-フェニルプロピル基、m+nは10~1,000の整数で、

$$0.3 \leq \frac{n}{m+n} < 1.0 \text{ である})$$

で表わされるポリオルガノシロキサン10~50重量%、及び

(B) 金属酸化物90~50重量%

から成ることを特徴とするものである。

本発明に用いられるポリオルガノシロキサン(A)は、上記一般式で表わされる化合物である。上記式中、R¹ はシリコングリースに耐酸性を付与するための基であり、炭素数4~18のアルキル基から選ばれる。このようなR¹ としては、

ルガノシロキサンがほとんど蒸発してしまうという新たな問題が生じた。その原因を調査したところ、放熱器表面のアルマイト処理を強酸の電気分解層中で行っているため、その表面上に酸が残っていることが明らかになった。この酸と発熱が原因となって、シリコングリースのベースオイルであるポリオルガノシロキサン、特にポリジオルガノシロキサンがクラッキング反応を起こし、その結果低分子量のシロキサンを生じ、ベースオイルが蒸発してしまうことがわかった。

[発明の目的]

本発明は、上記問題点を解消し、酸性条件下にあって耐熱性が優れた放熱シリコングリースを提供することを目的とする。

[発明の構成]

本発明者は、酸性条件下でも耐熱性の優れた放熱シリコングリースについて鋭意研究を重ねた結果、特定の構造を有するポリオルガノシロキサンを用いると、格段に優れた耐酸性放熱グリースが得られることを見出し、本発明を完成するに

ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ドデシル基、ステアシル(オクタデシル)基などが例示される。一方、R² はシリコングリースに耐熱性を付与するための基であり、2-フェニルエチル基または2-フェニルプロピル基である。m+nは10~1,000の整数、好ましくは10~200の整数である。m+nが10未満ではポリオルガノシロキサンの粘度が低すぎるために期待するちょう度を有するシリコングリースが得られず、1,000を超えるとポリオルガノシロキサンの粘度が高くなりすぎるため金属酸化物などの充填剤を添加してシリコングリースを調製することが困難になる。またmとnは $0.3 \leq \frac{n}{m+n} < 1.0$ の関係を満足しなければならない。 $\frac{n}{m+n}$ が0.3未満の場合には2-フェニルエチル基または2-フェニルプロピル基の数が少なすぎるために十分な耐熱性をもったシリコングリースが得られない。 $\frac{n}{m+n}$ が1の場合は炭素数4~18のアルキル基が存在しないことになるため、耐酸性が付与されない。

特開昭61-157587 (3)

本発明に用いられる金属酸化物(B)は、ポリオルガノシロキサン(A)に適度のちょう度を与えるとともに、熱伝導性を付与するための成分である。このような金属酸化物としては、酸化亜鉛、アルミナ、二酸化チタン、酸化ベリリウム、酸化マグネシウム、酸化ニッケル、酸化バナジウム、酸化銅、酸化鉄、酸化銀などが例示されるが、毒性がなく、多量に配合可能な酸化亜鉛およびアルミナが好ましい。

(A)成分と(B)成分の配合割合は、(A)成分10~50重量%、(B)成分90~50重量%の範囲内で、(A)成分の粘度や種類、(B)成分の種類または所望のシリコングリースのちょう度に応じて種々変化させることができる。(B)成分の配合量が50重量%未満の場合は十分な熱伝導性が得られず、また(B)成分を90重量%を超えて配合することは困難である。特に高い熱伝導性のシリコングリースを得るためには、(A)成分10~30重量%、(B)成分90~70重量%の割合で配合することが好ましい。

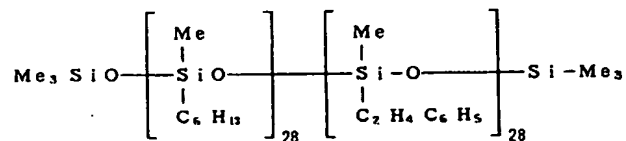
半導体を取着する際の放熱グリースとして有用である。

[発明の実施例]

以下、実施例により本発明を説明する。実施例中、部はすべて重量部、Meはメチル基を示す。また、ちょう度はJIS K 2220により測定したものである。

実施例1

式



で示される直鎖状ポリオルガノシロキサン25部に酸化亜鉛75部を加え、150℃で2時間加熱混練りした後、三本ロールで均質化し、ちょう度308の試料1を得た。試料1の熱伝導率は $2.0 \times 10^{-4} \text{ cal/cm} \cdot \text{s} \cdot ^\circ\text{C}$ であった。

比較のため、粘度10,000cPのポリジメチルオルガノシロキサン30部に酸化亜鉛70部を加え、150

℃で2時間加熱混練りした後、三本ロールで均質化し、ちょう度270の比較例試料1を得た。比較例試料1の熱伝導率は $1.8 \times 10^{-4} \text{ cal/cm} \cdot \text{s} \cdot ^\circ\text{C}$ であった。

なお、本発明のグリースには必要に応じて、通常のグリースに配合される各種の添加剤、例えばイソプロポキシジフェニルアミン、フェニル-α-ナフチルアミンなどのアミン系化合物、セレン系化合物、ジラウリルセレナイドなどの酸化防止剤などを添加することができる。

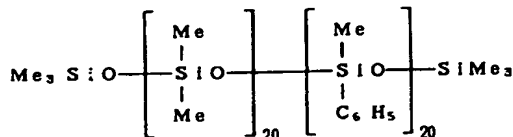
[発明の効果]

本発明のシリコングリースは、酸性条件下においても耐熱性が極めて優れており、しかも熱伝導性も良好である。したがって、本発明の耐酸性放熱グリースは、例えば半導体装置の放熱器、特に強酸性条件下で塗装された放熱器に

で2時間加熱混練りした後、三本ロールで均質化し、ちょう度270の比較例試料1を得た。比較例試料1の熱伝導率は $1.8 \times 10^{-4} \text{ cal/cm} \cdot \text{s} \cdot ^\circ\text{C}$ であった。

試料1と比較例試料1を電気分解槽でアルマイト処理(アルミ板をアルカリで脱脂した後、水洗、中和を行い、温度18℃、濃度20%の硫酸中で陽極板に用い、0.8A/cm²、12Aの直流によって電解酸化を行った後水洗し、さらに加圧水蒸気によって封孔処理を行う。)したアルミダイキャスト上にそれぞれ塗布し、150℃で24時間放置したところ、比較例試料1は、オイル分がほとんど蒸発してしまって酸化亜鉛だけが残し、グリース状を失っていた。試料1については、まったく変化がなく、グリース状を保っていた。

更に比較のため、式

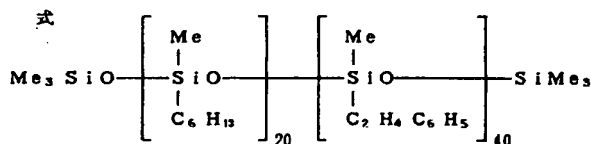


特開昭61-157587 (4)

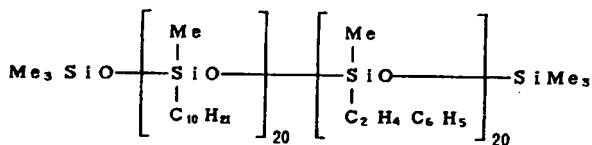
で示される直鎖状ポリオルガノシロキサン30部に酸化亜鉛70部を加え、攪拌した後、三本ロールで均質化し、ちょう度303の比較例試料2を得た。比較例試料3の熱伝導率は $1.9 \times 10^{-4} \text{ cal/cm} \cdot \text{s} \cdot ^\circ\text{C}$ であった。

前記試料1と比較例試料2をアルマイト処理したアルミダイキャスト上にそれぞれ塗布し、150℃で24時間放置したところ、比較例試料2については約半分のオイル分が蒸発してしまった。しかし、試料1はまったく変化がなく、グリース状を保っていた。

実施例2



で示される直鎖状ポリオルガノシロキサン25部に酸化亜鉛75部を加え、攪拌した後、三本ロールで均質化し、ちょう度300の試料2を得た。試料2の熱伝導率は $2.0 \times 10^{-4} \text{ cal/cm} \cdot \text{s} \cdot ^\circ\text{C}$ であった。



で示される直鎖状ポリオルガノシロキサン30部に酸化亜鉛と酸化アルミニウムを3対1の重量比で配合した混合物を70部加え、攪拌した後、三本ロールで均質化し、ちょう度330の試料3を得た。試料3の熱伝導率は $2.2 \times 10^{-4} \text{ cal/cm} \cdot \text{s} \cdot ^\circ\text{C}$ であった。

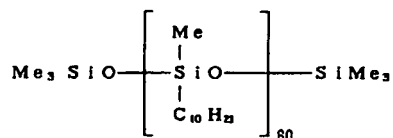
前記比較例試料3と試料3をアルマイト処理したアルミ板上にそれぞれ塗布し、200℃で72時間放置したところ、比較例試料3は完全にゲル化しアルミ板からはがれていたが、試料3は表面がわずかにゲル化しているのみで、その内部はグリース状を保っていた。

実施例4

式

た。

比較のため、式

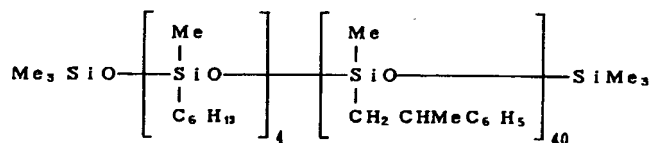


で示される直鎖状ポリオルガノシロキサン25部に酸化亜鉛75部を加え、攪拌した後、三本ロールで均質化し、ちょう度310の比較例試料3を得た。比較例試料3の熱伝導率は、 $2.0 \times 10^{-4} \text{ cal/cm} \cdot \text{s} \cdot ^\circ\text{C}$ であった。

試料2と比較例試料3をアルマイト処理したアルミ板上にそれぞれ塗布し、200℃で72時間放置したところ、比較例試料3は完全に固化し、アルミ板から剥れていたが、試料2は表面がわずかにゲル化してただけで、その内部はグリース状を保っていた。

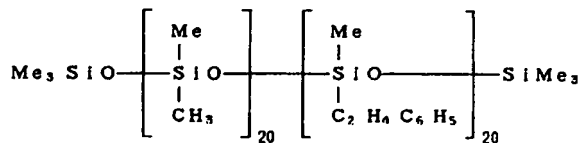
実施例3

式



で示される直鎖状ポリオルガノシロキサン25部に酸化亜鉛を75部加え、120℃で加熱攪拌した後、三本ロールで均質化しちょう度290の試料4を得た。試料4の熱伝導率は $2.0 \times 10^{-4} \text{ cal/cm} \cdot \text{s} \cdot ^\circ\text{C}$ であった。

比較として、式



で示される直鎖状ポリオルガノシロキサン30部に酸化亜鉛70部を加え、120℃で加熱攪拌した後、三本ロールで均質化し、ちょう度310の比較例試料4を得た。比較例試料4の熱伝導率は $1.9 \times 10^{-4} \text{ cal/cm} \cdot \text{s} \cdot ^\circ\text{C}$ であった。

試料4と比較例試料4を強酸の電気分解槽にて

BEST AVAILABLE COPY

特開昭61-157587(5)

アルマイト処理したアルミダイキャスト上にそれぞれ塗布し、150℃で24時間放置したところ、比較例試料4は、オイル分が半分程蒸発してしまい、酸化亜鉛の含有量が多くなり、グリース状を失っていた。しかしながら、試料4はまったく変化がなく、グリース状を保っていた。

NOTED FOR REVISION

THIS PAGE BLANK (USPTO)